

SVEUČILIŠTE U ZAGREBU
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE

ZAVRŠNI RAD

Mentori:

Izv. prof. dr. sc. Darko Landek, dipl. ing.

Student:

Daniel Ljubić

Zagreb, 2017.

Izjavljujem da sam ovaj rad izradio samostalno koristeći znanja stečena tijekom studija i navedenu literaturu.

Zahvaljujem se mentoru izv. prof. dr. sc. Darku Landeku i dr. sc. Saši Kovačiću na korisnim savjetima i odvojenom vremenu tokom izrade završnog rada.

Daniel Ljubić



SVEUČILIŠTE U ZAGREBU
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE



Središnje povjerenstvo za završne i diplomске ispite
Povjerenstvo za završne ispite studija strojarstva za smjerove:
proizvodno inženjerstvo, računalno inženjerstvo, industrijsko inženjerstvo i menadžment, inženjerstvo
materijala i mehatronika i robotika

Sveučilište u Zagrebu Fakultet strojarstva i brodogradnje	
Datum	Prilog
Klasa:	
U.broj:	

ZAVRŠNI ZADATAK

Student: **Daniel Ljubić** Mat. br.: 0035192964

Naslov rada na hrvatskom jeziku: **Ispitivanje utjecaja debljine prevlake PACVD TiCN na prionjivost na površinu od nehrđajućeg martenzitnog čelika**
Naslov rada na engleskom jeziku: **Testing the influence of of coating thickness PACVD TiCN on adherence to superficial stainless martensitic steel**
Opis zadatka:

Postupkom plazmom potpomognutog kemijskog prevlačenja iz pare faze (PACVD) proizvode se površinski slojevi specifičnih svojstava na konstrukcijskim dijelovima i alatima. Prema dostupnoj literaturi i izvorima informacija u radu treba opisati provedbu postupka PACVD i međusobno usporediti svojstva tvrdih prevlaka TiN i TiN/TiCN dobivenih ovim postupkom s naglaskom na ispitivanja njihove prionjivosti na podlogu od nehrđajućeg martenzitnog čelika.

U eksperimentalnom dijelu rada planirati pokuse te provesti ispitivanja prionjivosti i nanotvrdoće prevlake TiN/TiCN različitih debljina na podlozi od nehrđajućeg martenzitnog čelika X22CrMoV12 1. Određivanje debljine prevlake provesti kalotestom i analizom skenirajućom elektronskom mikroskopijom. Prionjivost prevlaka ispitati određivanjem stupnja prionjivosti prema normi VDI 3198 i metodom brazdanja. Ispitivanje nanotvrdoće provesti s različitim opterećenjima indentora. Analizirati utjecaj debljine i nanotvrdoće na prionjivosti prevlake TiN/TiCN i preporučiti optimalnu debljinu ove prevlake za podlogu ispitivanog čelika.

Zadatak zadan:

30. studenog 2016.

Zadatak zadan:

Izv. prof. dr.sc. Darko Landek

Rok predaje rada:

1. rok: 24. veljače 2017.

2. rok (izvanredni): 28. lipnja 2017.

3. rok: 22. rujna 2017.

Predviđeni datumi obrane:

1. rok: 27.2. - 03.03. 2017.

2. rok (izvanredni): 30. 06. 2017.

3. rok: 25.9. - 29. 09. 2017.

v.d. predsjednika Povjerenstva:

Izv. prof. dr. sc. Branko Bauer

SADRŽAJ

1. UVOD.....	1
2 MARTENZITNI NEHRĐAJUĆI ČELICI.....	3
2.1 Svojstva martenzitnih nehrđajućih čelika.....	3
2.2 Martenzitni nehrđajuć čelik X22CrMoV12-1	5
3. PRIMJENA I SVOJSTVA PACVD PREVLAKA	8
3.1. Uređaj za PACVD postupak.....	8
3.2. Svojstva PACVD prevlaka TiN i TiCN	11
3.2.1 Utjecaj klora na faktor trenja TiN i TiCN prevlake	13
3.2.2 Utjecaj omjera plinske mješavine dušika i vodika na stupanj adhezivnosti prevlake	14
3.2.3 Utjecaj napona	15
4. ISPITIVANJE DEBLJINE I ADHEZIVNOSTI PREVLAKA	17
4.1. Određivanje debljine prevlake kalotestom	17
4.2. Ispitivanje adhezivnosti prevlake prema metodi VDI 3198	19
4.3 Ispitivanje mikrostrukturne prevlake.....	21
5. PLAN I PROVEDBA ISPITIVANJA.....	25
5.1 Plan ispitivanja	25
5.2. Provedba ispitivanja	26
5.3 Mjerna ispitivanja na skenirajućem elektronskom mikroskopu(SEM)	30
6. REZULTATI ISPITIVANJA I DISKUSIJA REZULTATA.....	31
7. ZAKLJUČAK	35
LITERATURA.....	36
PRILOZI.....	37

POPIS SLIKA

Slika 1. Položaj martenzitnih nehrđajućih čelika u Schaefflerovom dijagramu[13]	4
Slika 2. TTT-dijagram za čelik X22CrMoV12-1[14].....	6
Slika 3. Dijagram popuštanja za čelik X22CrMoV12-1 [2]	7
Slika 4. Uređaj RUBIG PC 70/90 instaliran na FSB-u [3]	8
Slika 5 Shematski prikaz PACVD uređaja [5]	10
Slika 6. Promjena faktora trenja na putu trošenja od 1000 m u triboparu PACVD prevlaka TiN / prsten od čelika X100Cr6za različite udjele klora u prevlaci[7]	13
Slika 7. Utjecaj sadržaja klora u prevlaci PACVD TiN na tvrdoću i Youngov modul prevlake [7]	13
Slika 8. Stupanj adhezivnosti TiN prevlake na alatnom čeliku za hladni rad u ovisnosti[8] ..	14
Slika 9. Debljina difuzijske zone u ovisnosti o udjelu N2 [8]	14
Slika 10. Brzina prevlačenja u ovisnosti o pulsirajućem naponu plazme[9]	15
Slika 1. Adhezivnost TiN prevlaka na različitim pulsirajućim naponima plazme[9].....	15
Slika 12. Zaostala naprezanja u prevlaci u ovisnosti o pulsirajućem naponu.....	16
Slika 13. Uređaj kalotester.....	17
Slika 14. Princip kalotesta: a) shematski prikaz kontakta kuglice i uzorka, b) primjer ispitivanja	18
Slika 15. Princip određivanja promjera otiska kalote[10]	18
Slika 16. Četiri vrste granica između podloge i prevlake:	19
Slika 17. Rockwell-ov tvrdomjer INSIZE	20
Slika18. Ocjena adhezivnosti prevlake prema normi VDI 3198 metodi[11]	20
Slika 19. Ispitivanje traga trošenja na svjetlosnom mikroskopu	22
Slika 20. Oblik i dimenzije uzorka za ispitivanje [12]	25
Slika 21. Mjerna mjesta na uzorku	26
Slika 22. Otisci za određivanje adhezivnosti na mjernom mjestu C5 i C6(uzorak 2)	27
Slika 23. Otisci za određivanje adhezivnosti na mjernom mjestu C5 I C6(uzorak 3)	27
Slika 24. Mjerno mjesto C 5,6 sa očitanim promjerima istrošene prevlake u	28
Slika 25. Prevlaka TiN/TiCN na uzorku „2“snimljena na SEM -u	30
Slika 26. Prevlaka TiN/TiCN na uzorku „3“snimljena na SEM -u	30
Slika 27. Izgled mjernog mjesta na ispitnom uzorku „2“	31
Slika 28. Usporedba rezultata ispitivanja debljine TiN/TiCN prevlake za uzorke „2“ i „3“ ..	34
Slika 29. Usporedba rezultata ispitivanja adhezivnosti TiN/TiCN prevlake za uzorka.....	34

POPIS TABLICA

Tablica 1. Kemijski sastav čelika X22CrMoV12-1 [2].....	5
Tablica 2. Mehanička svojstva prevlaka TiN i TiCN.....	11
Tablica 3. Rezultati ispitivanja adhezivnosti i debljine TiN/TiCN prevlake na čeliku X22CrMoV12-1,uzorak „2“	32
Tablica 4. Rezultati ispitivanja adhezivnosti i debljine TiN/TiCN prevlake na čeliku X22CrMoV12-1,uzorak „3“	33

POPIS OZNAKA

Oznaka	Jedinica	Opis
D	μm	vanjski promjer otiska
D1	μm	vanjski promjer u horizontalnom smjeru
D2	μm	vanjski promjer u vertikalnom smjeru
Dsr	μm	srednja vrijednost vanjskog promjera otiska
d	μm	unutarnji promjer otiska
d1	μm	unutarnji promjer otiska u horizontalnom smjeru
d2	μm	unutarnji promjer otiska u vertikalnom smjeru
dsr	μm	srednja vrijednost unutarnjeg promjera otiska
e	μm	debljina prevlake
H	mm	udaljenost mjernog mjesto od donje površine obratka
R	μm	polumjer kugle
x	μm	mjerna udaljenost
y	μm	mjerna udaljenost

SAŽETAK

U radu je analiziran utjecaj debljine prevlake TiN/TiCN na martenzitnom nehrđajućem čeliku X22CrMoV12-1 na njenu adhezivnost. Postupkom PACVD proizvedena je prevlaka TiN/TiCN s dvije različite debljine. Debljina prevlake određena je kalotestom, a ispitivanje adhezivnosti prevlake provedeno je utiskivanjem indentorom prema normi VDI 3198. Iz rezultata ispitivanja utvrđena je ovisnost adhezivnosti prevlake TiN/TiCN o njenoj debljini, pri čemu tanja prevlaka ima bolju adhezivnost.

Ključne riječi: PACVD, TiN/TiCN prevlaka, adhezivnost, kalotest, alatni čelici za hladni rad.

SUMMARY

In this work, the thickness of TiN/TiCN coating has been analyzed, obtained in PACVD (plasma assisted chemical vapour deposition) on stainless martensitic steel X22CrMoV12-1. The process PACVD produced a TiN / TiCN coating with two different thicknesses. The coating thickness was determined by calotest, and the coating adhesion test was performed by impregnating the indenter according to VDI 3198.

From the results, the adhesion of the TiN / TiCN coating to its thickness was determined, with the thinner coating having a better adhesion.

Key words: PACVD, TiN/TiCN, adhesion, calotest, cold work tool steels.

1. UVOD

Martenzitni nehrđajući čelici imaju povišeni udio ugljika (0,2-1,0%) u odnosu na austenitne čelike, najmanje 12% Cr (uobičajeno do 18%) te mogu sadržavati do 1,3% Mo i 2,5% Ni. Optimalna, mehanička svojstva i korozijska postojanost ove skupine čelika postižu se kaljenjem i popuštanjem. Martenzitni nehrđajući čelici mogu se podijeliti u 2 podskupine: konstrukcijske (sadrže do 0,25% C) i alatne (sadrže više od 0,3% C).

U radu će se pripremiti ispitni uzorci od visokolegiranog konstrukcijskog čelika za visokotemperaturne primjene X22CrMoV12-1 prevučeni PACVD prevlakom TiN/TiCN. Na prevučenim uzorcima provest će se određivanje debljine prevlake kalotestom i ispitivanje adhezivnosti utiskivanjem indentora prema normi VDI 3198 u cilju određivanja povezanosti debljine i adhezivnost TiN/TiCN prevlake.

TEORIJSKI DIO

2. MARTENZITNI NEHRĐAJUĆI ČELICI

2.1 Svojstva martenzitnih nehrđajućih čelika

Martenzitna mikrostruktura nehrđajućih čelika (BCT rešetka) postiže se alotropskom transformacijom austenita. Dovoljno brzim hlađenjem austenita na temperaturi M_s počinje, a na temperaturi M_f završava transformacija austenita u martenzit.

Zbog visokog udjela legirnih elemenata martenzitni nehrđajući čelici su kaljivi na zraku. Martenzitni čelici s većim sadržajem ugljika mogu, uz martenzit, u mikrostrukturi sadržavati i određenu količinu karbida. To su u pravilu alatni čelici od kojih se primarno zahtijeva povišena otpornost na abrazijsko trošenje.

Konstruktivski martenzitni nehrđajući čelici sadrže manje od 0,25 %C. Kod njih je primarni zahtjev postizanje dobre korozijske postojanosti. Martenzitni nehrđajući čelici imaju široki raspon vrijednosti čvrstoće i granice razvlačenja. Granica razvlačenja martenzitnih nehrđajućih čelika može biti od 275 N/mm² u žarenom stanju, do 1900 N/mm² u gašenom i popuštenom stanju (za visokougljične vrste). nakon kaljenja uvijek se obavezno provodi popuštanje. Konstruktivski martenzitni nehrđajući čelici se uobičajeno visokotemperaturno popuštaju, a alatni martenzitni nehrđajući čelici niskotemperaturno.

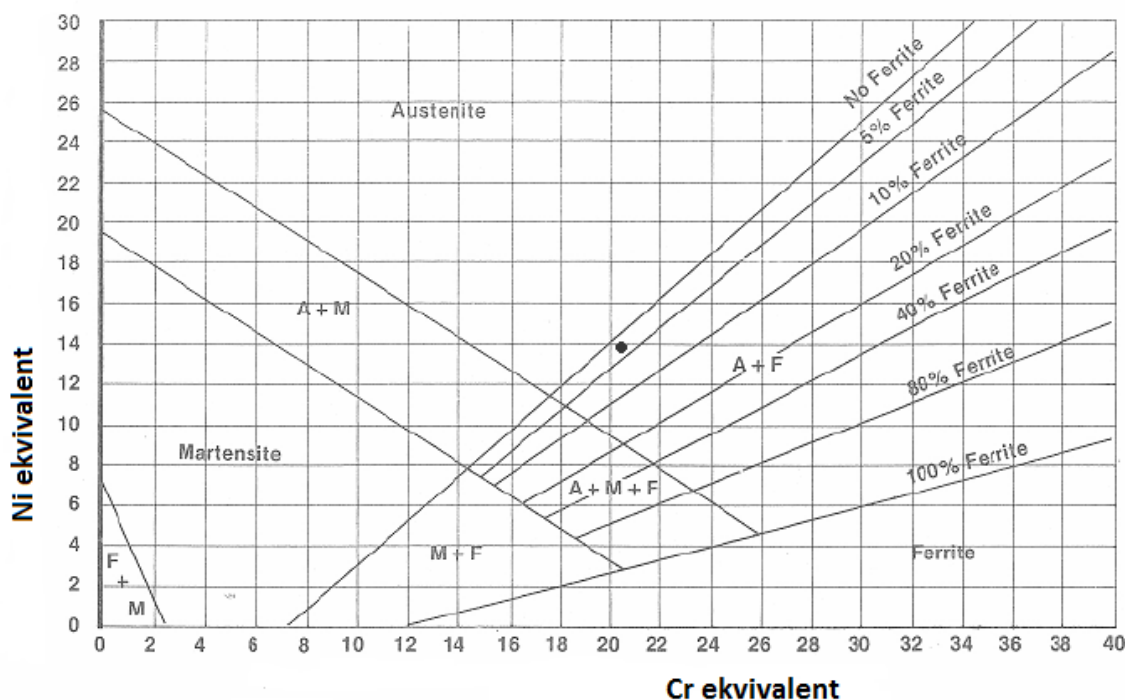
Općenito vrijedi da martenzitni čelici nemaju tako dobru korozijsku postojanost kao ostale skupine nehrđajućih čelika. Uzrok tome je nešto niži sadržaj kroma i viši sadržaj ugljika nego kod ostalih nehrđajućih čelika. Zato se martenzitni nehrđajući čelici primjenjuju u uvjetima kad se od materijala traži visoka čvrstoća i tvrdoća uz blaže zahtjeve glede korozijske postojanosti. Zbog nižeg sadržaja kroma i drugih legirnih elemenata jeftiniji su od drugih nehrđajućih čelika. Martenzitni nehrđajući čelici su feromagnetični.

Konstruktivski martenzitni nehrđajući čelici primjenjuju se za lopatice parnih, plinskih i mlaznih turbina na relativno niskim radnim temperaturama, za parne cjevovode, vodne turbine, brane u kanalima sa slatkom vodom, cijevi i ventile u rafinerijama nafte, obloge valjaka za kontinuirano lijevanje i dr. niskougljični supermartenzitni čelici koriste se

za naftovode i plinovode. Čelici s višim udjelom kroma i ugljika koriste se za kirurške instrumente, pribor za jelo, zupčanike i osovine.

Martenzitni nehrđajući čelici Ne koriste se na temperaturama višim od 650°C zbog sniženja mehaničkih svojstava i korozijske postojanosti. Martenzitni nehrđajući čelici imaju najlošiju zavarljivost od svih nehrđajućih čelika jer pri hlađenju, nakon zavarivanja, u mikrostrukturi ostaje nepopušteni martenzit. Pri zavarivanju se moraju primijeniti posebne mjere opreza osobito za čelike s više od 0,1 % C.

Na slici 1 prikazan je položaj martenzitnih nehrđajućih čelika u Schaefflerovom dijagramu određen na temelju vrijednosti Cr- i Ni-ekvivalenta.



Slika1. Položaj martenzitnih nehrđajućih čelika u Schaefflerovom dijagramu[13]

2.2 Martenzitni nehrđajući čelik X22CrMoV12-1

Martenzitni nehrđajući čelik X22CrMoV12-1 je poseban martenzitni nehrđajući čelik koji je otporan na puzanje s visokim udjelom kroma (11-12.5% Cr) te je kao takav posebno pogodan za primjenu u parnim turbinama, te. za izraduvijaka otpornih na povišene temperature (do 600 °C). Čelik X22CrMoV12-1 je kaljiv na zraku..

U tablici 1 naveden je kemijski sastav čelika X22CrMoV12-1. Prednosti čelika X22CrMoV12-1 jesu sljedeće:

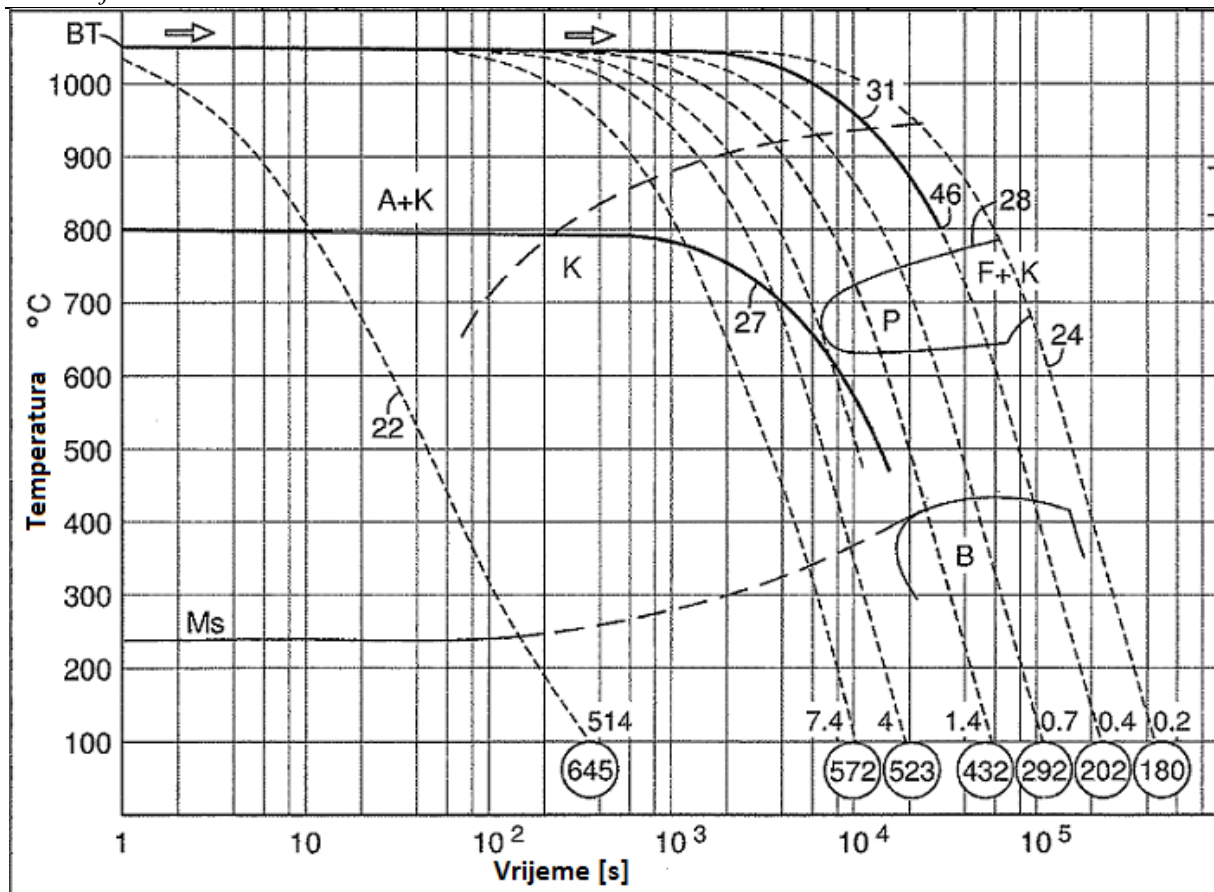
- dobra obradljivost (kovanje),
- dobra zavarljivost (mogu se zavarivati samo nakon potrebnih mjera opreza),
- mala korozijska otpornost (radi manjeg udjela kroma), ali nikako zanemariva
- vrlo dobra otpornost na trošenje,

Tablica 1. Kemijski sastav čelika X22CrMoV12-1 [2]

<i>C</i>	<i>Si</i>	<i>Mn</i>	<i>Ni</i>	<i>P</i>	<i>S</i>	<i>Cr</i>	<i>Mo</i>	<i>V</i>
0,18-0,24	max 0,5	0,4-0,9	0,3-0,8	max 0,025	max 0,015	11-12,5	0,8-1,2	0,25-0,35

Cjelokupni postupak toplinske obrade alatnog čelika X22CrMoV12-1 se sastoji od sljedećih faza [2,3] :

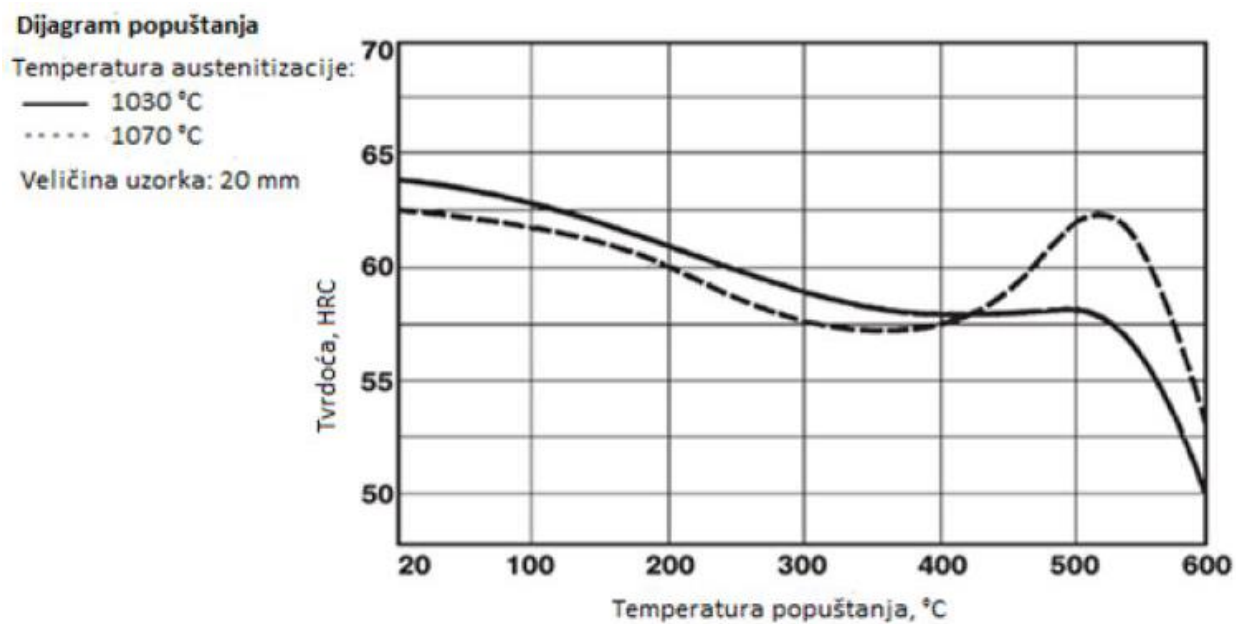
1. Žarenje za redukciju zaostalih naprezanja sa sljedećim parametrima:
 - temperatura žarenja: 640-740°
 - sporo hlađenje u peći
2. Kaljenje sa sljedećim parametrima:
 - temperatura austenitizacije: 1030...1070 °C ,
 - vrijeme održavanja na temperaturi austenitizacije: 15...30 minuta ,
 - jednostavniji oblici se hlade u ulju ili solnoj kupki (na temperaturi 220...250°C ili 500...550°C) ,
 - određivanje brzine gašenja prema kontinuiranom TTT dijagramu (slika 2).



Slika2. TTT-dijagram za čelik X22CrMoV12-1[14]

3) Popuštanje sa slijedećim parametrima:

- sporo ugrijavanje do temperature popuštanja odmah nakon kaljenja u trajanju od 1 sata u peći za svakih 20mm debljine, ali uz obavezno hlađenje na zraku u trajanju od najmanje 2 sata,
- za specifične slučajeve smanjiti temperaturu popuštanja i povećati vrijeme držanja,
- za određene situacije koje zahtijevaju znatno bolje zadržavanje tvrdoće preporučuje se nitriranje,
- temperaturu popuštanja potrebno je odabrati prema dijagramu popuštanja prikazanog na slici 3.



Slika 3. Dijagram popuštanja za čelik X22CrMoV12-1 [2]

Primjena čelika X22CrMoV12-1 :

- tlačne posude i kotlovi
- dijelovi zrakoplova,
- proizvodnja reaktora,
- lopatice turbina,

3. PRIMJENA I SVOJSTVA PACVD PREVLAKA

Pojam PACVD označuje kraticu Plasma-Assisted Chemical Vapour Deposition, što u prijevodu znači plazmom potpomognuto kemijsko taloženje iz parne faze. Ovaj postupak koristi plazmu za aktiviranje CVD postupka, a temperatura nanošenja je znatno niža od temperature CVD postupka.

3.1. Uređaj za PACVD postupak

PACVD uređaj (prikazan na slici 4) omogućuje proizvodnju različitih vrlo tankih jednoslojnih, višeslojnih (nanodimenzionalnih) slojeva kao što su : TiN, TiCN, TiAlN, TiBN, TiB₂ ,... Osim toga, u uređaju se može provoditi i postupak nitriranja u plazmi u integriranom postupku s nanošenjem tvrdih prevlaka. [3].



Slika 4. Uređaj RUBIG PC 70/90 instaliran na FSB-u [3]

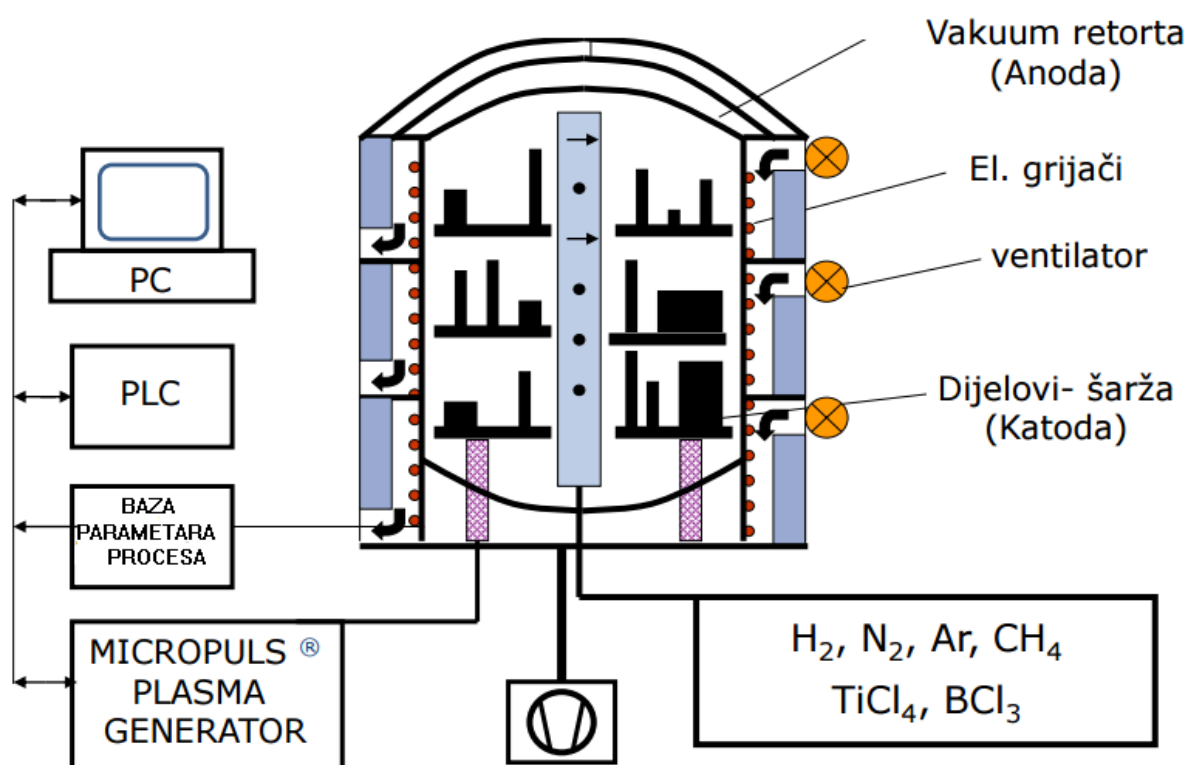
Prednosti primjene PACVD postupka jesu sljedeće [3]:

- nitriranje u plazmi + prevlačenje postupkom PACVD,
- nitriranje i prevlačenje moguće je provesti u jednom procesu – kontinuirano,
- niska temperatura procesa (ispod 500°C),
- nema promjena dimenzija obratka,
- prikladnost za masivne predmete kompliciranog oblika,
- nema emisija štetnih plinova,
- ekonomičnost postupka,
- efekt samočišćenja površine,
- velika pouzdanost (ponovljivost) postupka.

PACVD uređaj se sastoji od vakuumske komore s grijačima, vakuumske pumpe, generatora plazma, sustava za dobavu plinova (N_2 , Ar, H_2 , CH_4), sustava za dobavu prekursora ($TiCl_4$, BCl_3) te PLC regulacijskog sustava. PACVD postupak prevlačenja koristi energiju elektrona kao metodu aktivacije za odvijanje taloženja na niskim temperaturama. Dovođenje električne energije dovoljno visokog napona pri određenom tlaku rezultira dijeljenjem plina i na taj način se proizvodi plazma koja se sastoji od elektrona i iona. Plinski reaktanti se ioniziraju i razgrađuju prilikom sudara s elektronima te proizvode kemijski aktivne ione. Ioni sudjeluju u kemijskoj reakciji na površini ili neposredno uz zagrijanu površinu podloge (supstrata) gdje se taloži tanki sloj prevlake. Kemijska reakcija taloženja u PACVD uređaju se provodi na temperaturi između 450 do 650 °C. Relativno niska temperatura prevlačenja ne narušava prethodno postignuta povoljna svojstva podloge (npr. kaljenjem i visokotemperaturnim popuštanjem) te omogućuje stvaranje kvalitetne prevlake. Cijeli PACVD sustav vođen je PLC upravljačkim sustavom. Shematski prikaz PACVD uređaja prikaz na slici 5 [3]. Za kvalitetnu provedbu PACVD postupka treba zadati sljedeće parametre [4]:

- napon,
- napajanje generatora plazme,
- trajanje impulsa,
- pauza impulsa,
- tlak,
- temperatura prevlačenja,

- vrijeme prevlačenja,
- udio inertnih plinova (Ar, N₂, H₂),
- udio prekursora (TiCl₄, AlCl₃, BCl₃).



Slika 5. Shematski prikaz PACVD uređaja [5]

3.2. Svojstva PACVD prevlaka TiN i TiCN

Prevlake danas imaju brojnu primjenu u svim dijelovima industrije. Mnogi se zahtjevi mogu postavljati na prevlake, a idealne prevlake morale bi ispuniti sljedeće zahtjeve [6] :

- dobra prionjivost na osnovni materijal,
- dovoljna tvrdoća zbog otpornosti na trošenje,
- dovoljna žilavost radi sprečavanja ljuštenja,
- dobra kemijska postojanost,
- prilagođenost podlozi.

Prevlake se mogu podijeliti prema tipu kemijskih veza, prema sastavu i obliku prema tvrdoći.

Prema tipu kemijskih veza mogu biti prevlake s metalnom vezom, ionskom vezom i kovalentnom vezom. Prema sastavu i obliku mogu se podijeliti na jednokomponentne, višekomponentne, višeslojne, stupnjevite, kompozitne i višefazne, dok se prema tvrdoći mogu podijeliti na meke i tvrde [6].

U radu su korištene višeslojne TiN/TiCN prevlake. Svojstva koja karakteriziraju TiN i TiCN prevlake nanešena PACVD postupkom su visoka tvrdoća, visoka otpornost trošenju, nizak faktor trenja, dobra korozijska postojanost, tanke debljine, visoka i dobra adhezija. U tablici 2 uspoređena su mehanička svojstva ovih prevlaka.

Tablica 2. Mehanička svojstva prevlaka TiN i TiCN

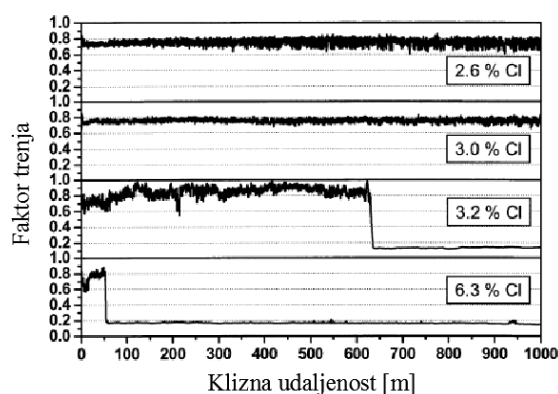
<i>Prevlaka</i>	<i>Tvrdoća, HV0,010</i>	<i>Faktor trenja prema čeliku</i>	<i>Uobičajena debljina, μm</i>	<i>Najviša radna temperatura, °C</i>	<i>Boja prevlake</i>	<i>Svojstva prevlaka</i>
TiN	2500	0,55	1-7	600	Zlatna	2-4x dulji vijek uporabe alata u odnosu na neprevučeni alate
TiCN	3200	0,20	1-4	400	Siva	viša tvrdoće u odnosu na prevlaku TiN

PACVD prevlake TiN i TiCN nalaze svoju široku primjenu u industriji gdje se zahtjevaju prethodno navedena svojstva u cilju povećanja dugotrajnosti i primjene konstrukcijskih dijelova i alata.

Svojstva PACVD prevlaka ovise o parametrima postupka PACVD te prethodnoj toplinskoj obradi substrata (podloge) i pripremi površine. U literaturi [11, 12, 13] je istražen utjecaj omjera plinske mješavine (dušika i vodika) i napona plazme u postupku prevlačenja na sadržaj klora u prevlaci te mikrostrukturna, mehanička i tribološka svojstva prevlake.

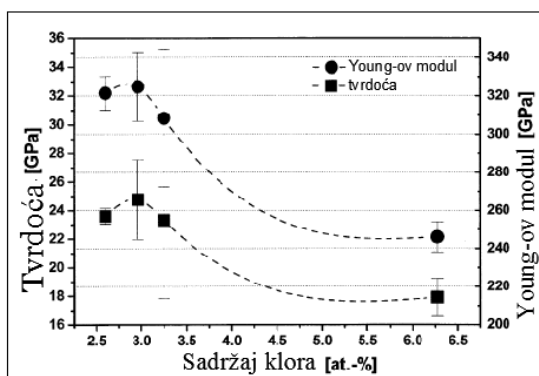
3.2.1 Utjecaj klora na faktor trenja TiN i TiCN prevlake

Koristeći TiCl_4 kao prekursor u PACVD postupku, sadržaj klora se može prilagoditi u rasponu od 2 do 7 %. Razina klora u PACVD prevlaci od 3.2% se djeluje na smanjenje faktora trenja TiN ili TiCN prevlaka u triboparu s kugličnim ležajem od čelika X100Cr6. Pri tome se nakon početnog adhezijskog trošenja faktor trenja smanjuje na vrijednost nižu od 0,2 bez značajnije promjene ostalih svojstava prevlake (npr. izgleda i otpornosti na trošenje) što se može vidjeti na slici 6.



Slika 6. Promjena faktora trenja na putu trošenja od 1000 m u triboparu PACVD prevlaka TiN / prsten od čelika X100Cr6 za različite udjele klora u prevlaci [7]

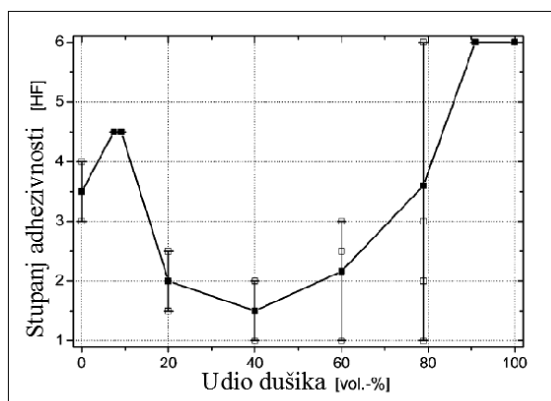
Također, udio klora od 3,2 % ne pogoršava mehanička svojstva kao što su tvrdoća i Youngov modul elastičnosti što se može vidjeti na slici 7. Za veći udjel klora može se uočiti smanjenje tvrdoće i modula elastičnosti.



Slika 7. Utjecaj sadržaja klora u prevlaci PACVD TiN na tvrdoću i Youngov modul prevlake [7]

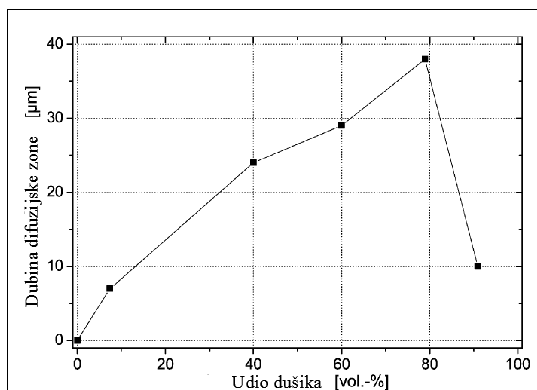
3.2.2 Utjecaj omjera plinske mješavine dušika i vodika na stupanj adhezivnosti prevlake

Različite plinske mješavine se mogu koristiti za prevlačenje PACVD TiN prevlake za alatne čelike. Na slici 8 se može vidjeti kako prionjivost prevlake (adhezivnost) ovisi o udjelu dušika. Najbolji stupanj adhezivnosti (HF 1–2) je postignut za plinsku mješavinu u omjeru udjela od 40% N₂ naprema 60 % udjela H₂, dok je najgori stupanj adhezivnosti (HF 6) postignut za više od 80 % N₂.



Slika 7. Stupanj adhezivnosti TiN prevlake na alatnom čeliku za hladni u ovisnosti o omjeru N₂/H₂ [8]

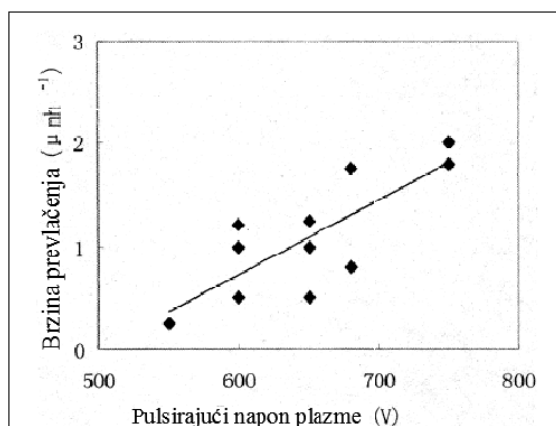
Također, za različitu plinsku mješavinu (udjel N₂) dobiju se različite dubine difuzijske zone. Na slici 9 može se vidjeti kako se za omjer 40% N₂ / 60 % H₂ dobiva difuzijska zona dubine 24μm koja dobro mehanički podržava podlogu.



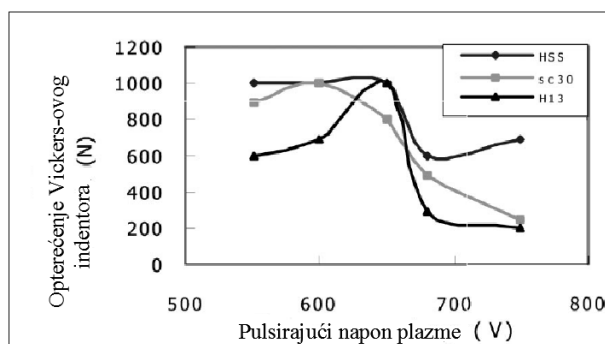
Slika 8. Debljina difuzijske zone u ovisnosti o udjelu N₂ [8]

3.2.3 Utjecaj napona

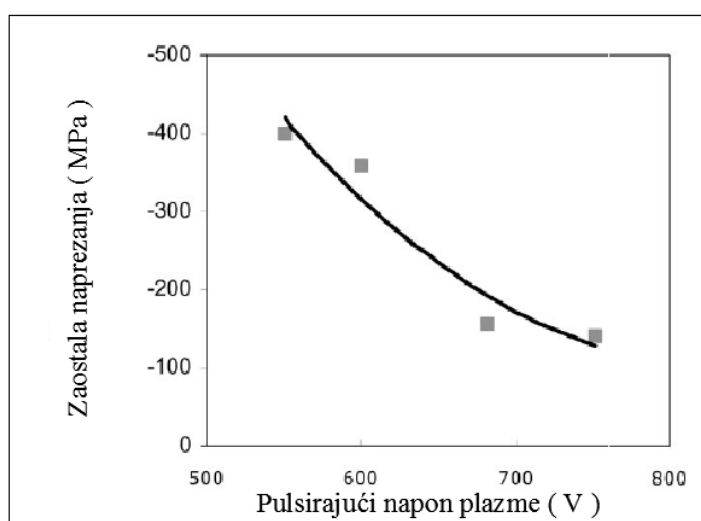
U cilju dobivanja homogene prevlake, važnu ulogu ima utjecaj pulzirajućeg napona. Ispitivanjima provedenim na raznim prevlačenim čelicima (brzorezni čelik, alatni čelik za topli rad AISI H13 i sinterirani karbid SC30), pokazalo se da PACVD prevlake TiN nanešene na većim pulzirajućem naponu imaju veća zrna i manju tvrdoću, iako se brzina prevlačenja povećava u odnosu na manji pulzirajući napon (slika 10). Adhezivnost prevlaka (slika 11) i zaostala naprezanja (slika 12) se smanjuju sa povećanjem pulzirajućeg napona. Postojanost međusloja između podloge i prevlake povećava adhezivnost prevlake uz primjenu napona plazme nižeg od 650V. Treba napomenuti da je adhezivnost prevlake na slici 12 određena utiskivanjem Vickers-ovog indentora uz promjenljivo opterećenje. Pri tome je kao kriterij adhezivnosti pretpostavljena sila utiskivanja indentora koja dovodi do pojave prvih pukotina ili delaminacije prevlake.



Slika 9. Brzina prevlačenja u ovisnosti o pulzirajućem naponu plazme[9]



Slika 10. Adhezivnost TiN prevlaka na različitim pulzirajućim naponima plazme[9]



Slika 11. Zaostala naprezanja u prevlaci u ovisnosti o pulsirajućem naponu plazme[9]

4. ISPITIVANJE DEBLJINE I ADHEZIVNOSTI PREVLAKA

U svrhu dobivanja podataka o adhezivnosti prevlake u radu je primjenjena metoda prema VDI 3198 normi. Za određivanje debljine prevlake primjenjeno je ispitivanje kalotestom uz mjerenje otiska kalote na svjetlosnom mikroskopu.

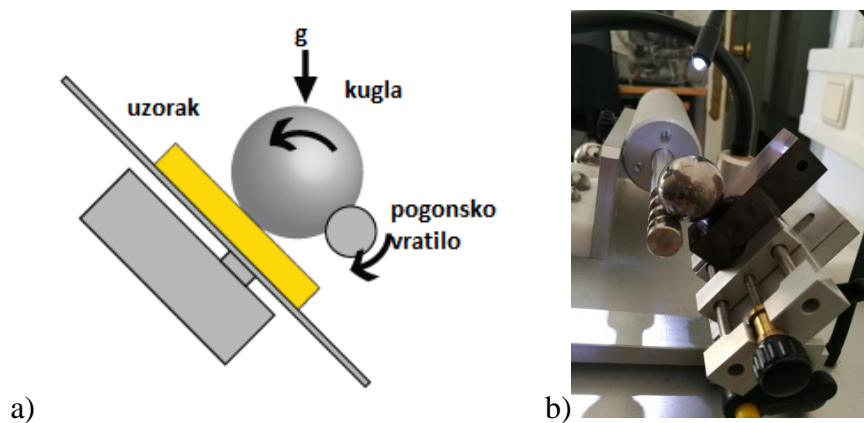
4.1. Određivanje debljine prevlake kalotestom

Mjerenje debljine prevlake izvodi se pomoću uređaja koji se zove kalotester prikazanog na slici 13.

Princip rada kalotesta je temeljen na primjeni čelične kugle zadanog promjera i mase koja pritiskom i rotacijom uz zadani broj okretaja komada troši prevlaku ispitnog uzorka. Nakon određenog vremenskog perioda proces se prekida i na radnom komadu nastaje istrošenje u obliku kalote (slika 14). Mjere se promjeri kalote i pomoću jednadžbe (1) se računa debljina prevlake.



Slika 13. Uređaj kalotester



Slika 12. Princip kalotesta: a) shematski prikaz kontakta kuglice i uzorka, b) primjer ispitivanja

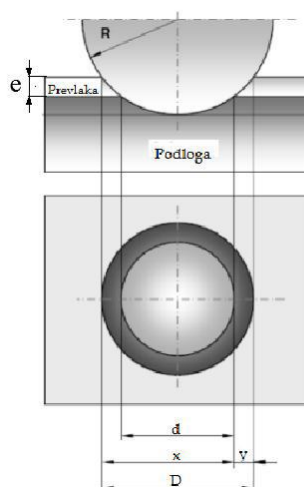
Na osnovu proizvedenog otiska ispitne kugle debljina prevlake (e) određuje se prema izrazu (1) ili (2) na temelju dimenzija otiska (slika 15) [10]:

$$a) \quad e = \frac{D^2 - d^2}{2R} \quad (1)$$

D - vanjski promjer otiska, μm
 d - unutarnji promjer otiska μm
 R - polumjer kugle, μm

$$b) \quad e = \frac{xy}{2R} \quad (2)$$

x, y - mjerne udaljenosti definirane slikom 15, μm



Slika 13. Princip određivanja promjera otiska kalote [10]

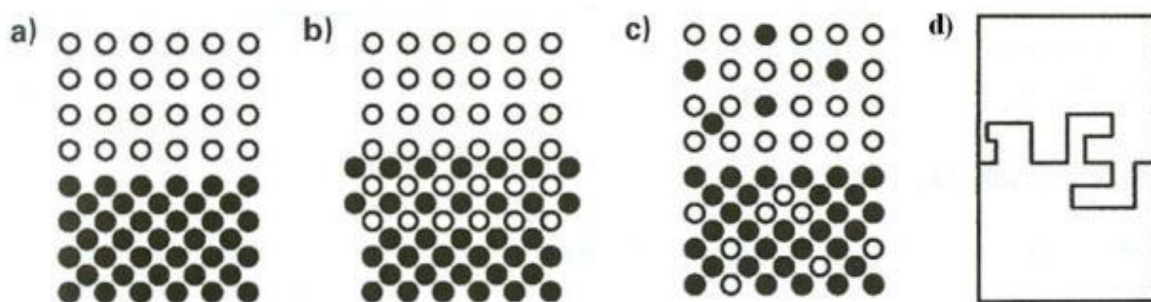
4.2. Ispitivanje adhezivnosti prevlake prema metodi VDI 3198

Adhezivnost ili prionjivost prevlake definira se kao stanje u kojem se dvije površine (različitih materijala) drže zajedno uslijed kemijskih ili mehaničkih veza [10].

Osnovni oblici adhezijske veze između prevlake i podloge jesu sljedeći [10]:

- fundamentalna veza = suma svih molekularnih i atomskih veza između prevlake i osnovnog materijala na njihovoj dodirnoj površini ;
- termodinamička adhezijska veza = promjena u slobodnoj energiji pri formiranju ili raskidanju spoja prevlaka / podloga ;
- praktična adhezijska veza = sila koja je potrebna za odstranjivanje prevlake s podloge , bez obzira na početak loma – mjeri se eksperimentalnim postupcima

Osnovne vrste granice između prevlake i podloge prikazane su na slici 16.



Slika 16. Četiri vrste granice između podloge i prevlake:

a) oštra granica , b) kemijski spoj , c) difuzijska granica , d) mehanički spoj

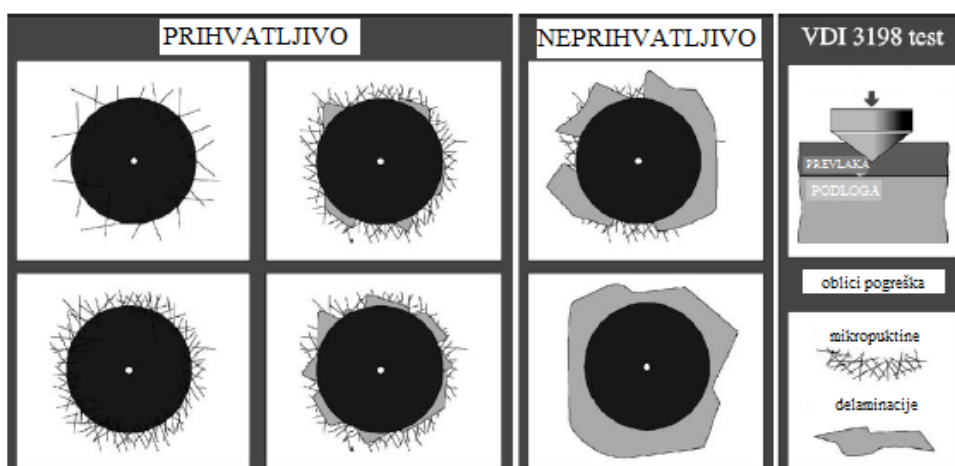
Ispitivanje utiskivanjem indentora Rockwell C je propisano normom VDI 3198. Uređaj za ispitivanje Rockwell-ove metode prikazan je na slici 17. Dijamantni indentor u obliku stošca prodire u površinu prevučenih slojeva, tako da potiče veliku plastičnu deformaciju podloge i prijelom prevučenih slojeva. Parametri Rockwell-ove metode određivanja adhezivnosti jesu sljedeći:

- indentor – dijamantni stožac (vršni kut 120 , radijus zaobljenja 0,2mm),
- predopterećenje iznosi 10kg,
- ukupno opterećenje iznosi 150kg.



Slika 17. Rockwell-ov tvrdomjer INSIZE

Kontaktna površina u kombinaciji sa intenzivnim prijenosom opterećenja potiče velika smična naprezanja u površini. S jedne strane, dobro prionjive prevlake, uspijevaju izdržati ta smična naprezanja i spriječavaju proširenje delaminacije po obodu na otisku. S druge strane, proširenje delaminacije u blizini otiska ukazuje na slabo površinsko prijanjanje. Stoga se može zaključiti da radijalne pukotine i slabe delaminacije ukazuju na čvrsto prijanjanje prevlake. Na slici 18 prikazane su 4 vrste izgleda oblika otiska koje garantiraju jake veze između prevlake i podloge (osnovnog materijala).



Slika18. Ocjena adhezivnosti prevlake prema normi VDI 3198 metodi[11]

4.3 Ispitivanje mikrostrukturne prevlake

Mikroskop je instrument koji koristimo za promatranje i ispitivanje mikrostrukture materijala.

Uobičajeno se primjenjuju dva osnovna tipa mikroskopa:

- svjetlosni mikroskop
- elektronski mikroskop

Kod svjetlosnog mikroskopa, snop svjetlosti osvjetljava uzorak koji promatramo te zatim prolazi kroz optički sustav koji omogućava stvaranje povećane slike uzorka. Optički sustav svjetlosnog mikroskopa sastoji se od niza leća koje su zadužene za usmjeravanje svjetlosti.

Svjetlost kojom se osvjetljava predmet prolazi kroz tzv. kondenzor koji može biti građen od jedne ili više leća, a njegova je uloga da sabire zrake svjetlosti na uzorku koji promatramo kako bi on bio što bolje osvjetljen. Potom svjetlost prolazi kroz uzorak i ulazi u leće objektiva koje stvaraju prvu povećanu sliku predmeta. Suvremeni svjetlosni mikroskopi omogućuju razlučivanje predmeta koji su međusobno udaljeni $0.2\mu\text{m}$, te postižu povećanje do 1000 puta.

Opis metalografske pripreme površine za ispitivanje mikrostrukture:

Površina uzorka prije mikroskopiranja mora se temeljito pripremiti, a sama priprema uzorka za metalografsku analizu sastoji se od slijedećih faza :

- Izrezivanja reprezentativnog uzorka iz osnovnog materijala
- Pripremanja početne radne površine i brušenje uzorka
- Umetanje uzorka u polimernu smolu
- Poliranje površine uzorka
- Odmašćivanje, ispiranje i sušenje površine uzorka
- Kemijsko nagrivanje površine uzorka
- Ispiranje i sušenje površine uzorka

Svjetlosna mikroskopija u radu je primjenjena za održivanje dimenzija istrošene kalote u kalotestu (slika 19).



Slika 14. Ispitivanje traga trošenja na svjetlosnom mikroskopu

Skenirajući elektronski mikroskop (SEM)

Otkriće da se ubrzani elektroni u vakuumu ponašaju poput zraka svjetlosti, da im je gibanje pravocrtno i njihova duljina vala oko 100.000 je puta manja od duljine vala svjetlosti, iskorišteno je u konstruiranju elektronskih mikroskopa i stoga oni umjesto snopa svjetlosti imaju snop elektrona koja zbog male duljine vala omogućava bolju mogućnost razlučivanja.

Suvremeni elektronski mikroskopi postižu moć razlučivanja od **0.1 nm** i povećanje od čak **1.000.000 puta**.

Dva su osnovna tipa elektronskog mikroskopa:

- Transmisijski elektronski mikroskop (engl. Transmission Electron Microscope - TEM)
- Skenirajući elektronski mikroskop (engl. Scanning Electron Microscope - SEM)

Osnove rada skenirajućeg elektronskog mikroskopa sastoje se od skeniranja površine ispitivanog uzorka vrlo precizno fokusiranim snopom elektrona. Uzorak se nalazi na nosaču u komori mikroskopa, a izvor elektrona je katoda smještena u emisionoj komori. Elektroni se ubrzavaju na putu između katode i anode koje su podvrgnute visokim naponom. Elektroni se dalje fokusiraju i usmjeravaju pomoću magnetskih leća na površinu uzorka. Komora i kolona elektronskog mikroskopa za vrijeme rada nalaze se pod niskom ili visokim vakuumom. Prilikom udarca elektrona o površinu uzorka, događaju se razni efekti koje koristimo za dobivanje slike i provođenje analize u SEM-u.

EKSPERIMENTALNI DIO

5. PLAN I PROVEDBA ISPITIVANJA

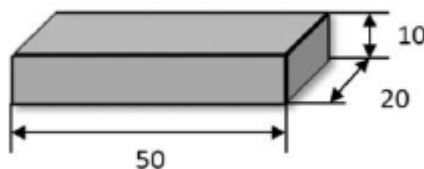
5.1 Plan ispitivanja

Izrada ispitnih uzoraka, njihova toplinska obrada te prevlačenje PACVD postupkom provedeni su u Laboratoriju za toplinsku obradu Fakulteta strojarstva i brodogradnje. Osnovni materijal ispitanih uzoraka je nehrđajući martenzitni čelik Böhler T550 (EN X22CrMoV12-1) dimenzija 50x20x20 mm (slika 20) sljedećih oznaka:

1. uzorak: oznaka "2"
2. uzorak oznaka „3“

Cilj provedenih ispitivanja je određivanje debljine višeslojnih prevlaka TiN/TiCN te ispitivanje njihove adhezivnosti prema metodi VDI 3198 na kaljenom i popuštenom nehrđajućem čeliku X22CrMoV12-1.

Prije PACVD prevlačenja, površine ispitnih uzoraka su mehanički očišćene finim brušenjem i poliranjem kako bi se postigla površinska hrapavost $R_a = 0,133 \pm 0,012 \mu\text{m}$.



Slika 15. Oblik i dimenzije uzorka za ispitivanje [12]

Ispitni uzorci su nakon čišćenja prevučeni prevlakom TiN koja predstavlja vezivi sloj između podloge i TiCN prevlake. PACVD prevlačenje je izvršeno pomoću plazme aktivirane pulsirajućom istosmjernom strujom u industrijskoj vakuumskoj peći. PACVD parametri su izabrani prema preporukama proizvođača PACVD sustava.

Proizvodnja prevlake TiN/TiCN kod uzoraka 2 i 3 je sastojala se od sljedeće tri faza:

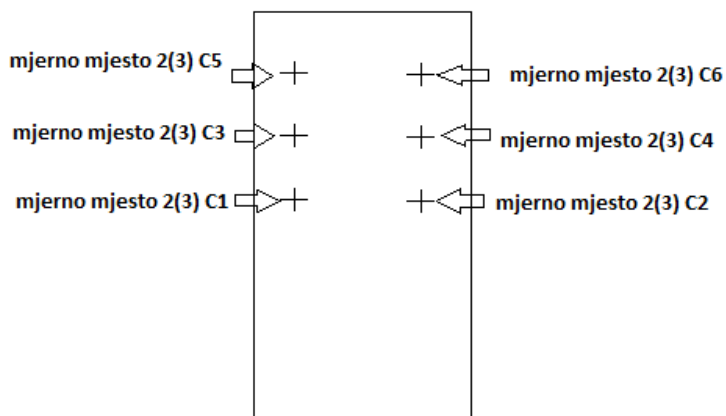
- 1) Nastanak TiN sloja čija debljina iznosi 1/6 debljine prevlake (trajanje 1h),
- 2) Promjena protoka plinova i nastanak prijelaznog sloja iz TiN u TiCN (trajanje 30min),
- 3) Nastanak TiCN sloja (trajanje prevlačenja 6h).

5.2. Provedba ispitivanja

Ispitivanje adhezivnosti i debljine prevlaka je provedeno kroz nekoliko koraka koji su u konačnici pokazali rezultate adhezivnosti i debljine PACVD prevlaka na ispitnim uzorcima. Ispitivanje se sastojalo od sljedećih faza:

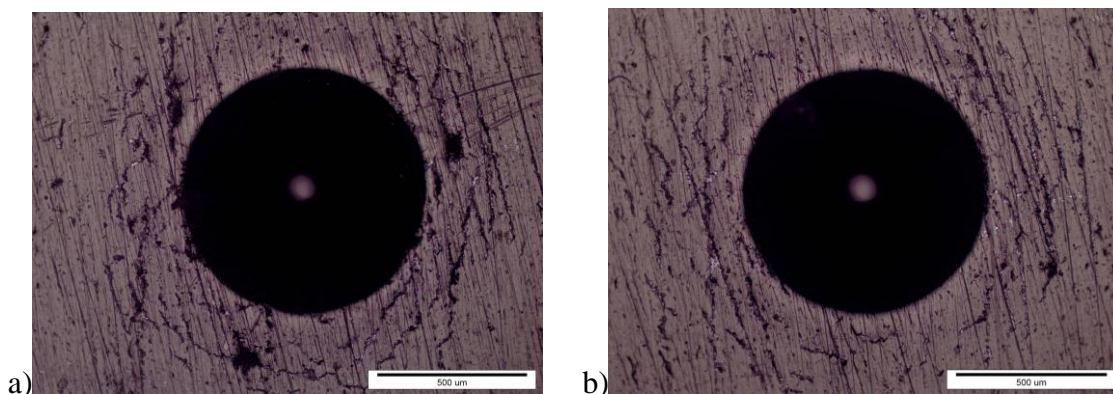
1. Određivanje mjernih područja ispitivanja za svaki uzorak
2. Provedba kalotesta za svaki uzorak na mjernom uređaju kalotesteru
3. Provedba Rockwell-C testa utiskivanjem za svaki uzorak
4. Provedba kalotesta za svaki uzorak na mjernom uređaju kalotesteru
5. Mjerenje debljine i adhezivnosti PACVD prevlaka primjenom svjetlosnog mikroskopa
6. Računanje debljine prevlake pojedinog uzorka i određivanje adhezivnosti

Kako bi dobili što bolje podatke, najprije su određena mjesta na uzorcima gdje će se provoditi ispitivanja debljine i adhezivnosti PACVD prevlake koji su navedeni na slici 20. Mjerna mjesta ispitivanja su ista za oba uzorka(2 i 3). Mjerna mjesta za uzorak prikazana su na slici 21.

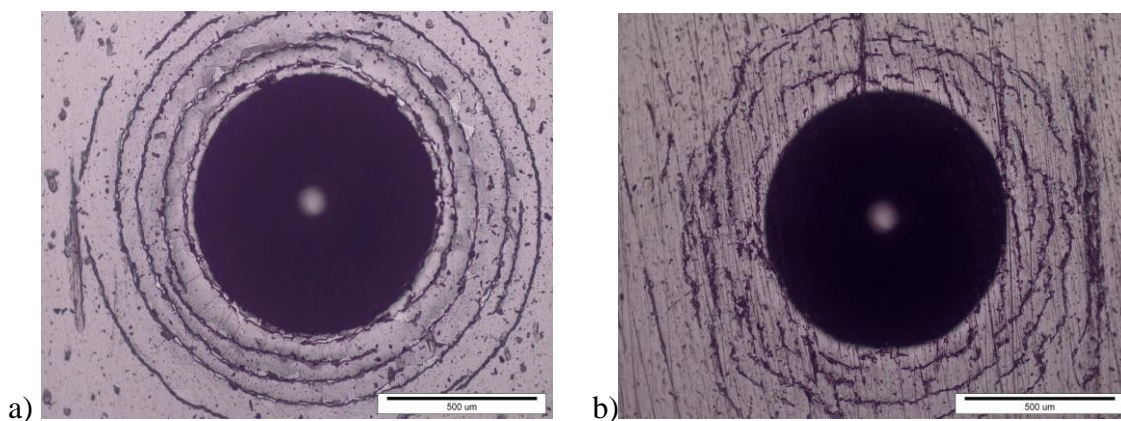


Slika 16. Mjerna mjesta na uzorku

Na mjernim mjestima, na svakom uzorku su provedena po dva utiskivanja Rockwell-ovim indentorom u blizini mjernog mjesta s lijeve i desne strane uzorka. Na slici 22 je prikazan primjer otiska s indentorom u obliku stošca na uzorku 1 s lijeve i desne strane. Iz slika 22.a i 22.b može se zaključiti da je stupanj adhezivnosti prihvatljiv. Iz slika 23.a i 23.b se može jasno vidjeti da na uzorku „3“ postoji ljuštenje, ali je stupanj adhezivnosti i dalje prihvatljiv



Slika 17. Otisci za određivanje adhezivnosti na mjernom mjestu C5 i C6(uzorak 2)

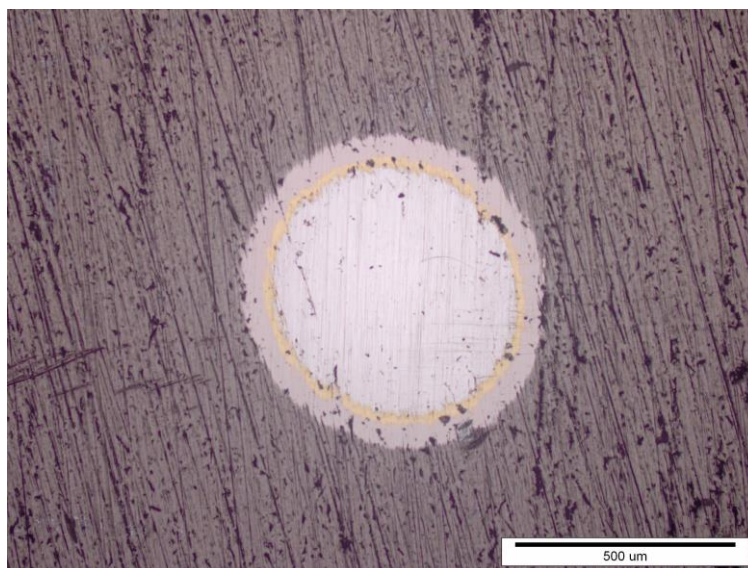


Slika 18. Otisci za određivanje adhezivnosti na mjernom mjestu C5 i C6(uzorak 3)

Na izabranim mjestima u blizini otiska indentora, provedeno je ispitivanje kalotesterom kao što je prikazano na slici 24. Parametri ispitivanja:

- brzina vrtnje kuglice: 500 o/min
- trajanje trošenja prevlake kalotestom: 20s
- abrazivna pasta o dijamantnog praha
- promjer kuglice (čelik 100Cr6): 25mm

Nakon provedbe ispitivanja Rockwell-C indentorom i ispitivanja kalotestom mjerna mjesta su snimljena svjetlosnim mikroskopom te su izmjereni promjeri otiska kalotesta uzorka 1 kao što je prikazano na slici 24.



Slika 19. Mjerno mjesto C 5,6 sa očitanim promjerima istrošene prevlake u kalotestu (uzorak 2)

Kao što se vidi na slici 24, kako bi dobili što točnije vrijednosti, uzimaju se po 3 izmjerene vrijednost promjera oblika (u vertikalnom, horizontalnom smjeru te dijagonalno) te se izračunava srednja vrijednost vanjskog i unutrašnjeg promjera otiska kalotesta prema jednačbama (3) i (4):

$$D_{sr} = \frac{D_1 + D_2 + D_3}{3} \quad (3)$$

D_1 -vanjski promjer otiska u horizontalnom, μm

D_2 -vanjski promjer otiska u vertikalnom smjeru, μm

D_3 -vanjski promjer otiska dijagonalno(45), μm

$$d_{sr} = \frac{d_1 + d_2 + d_3}{3} \quad (4)$$

d_1 -unutarnji promjer otiska u horizontalnom smjeru, μm

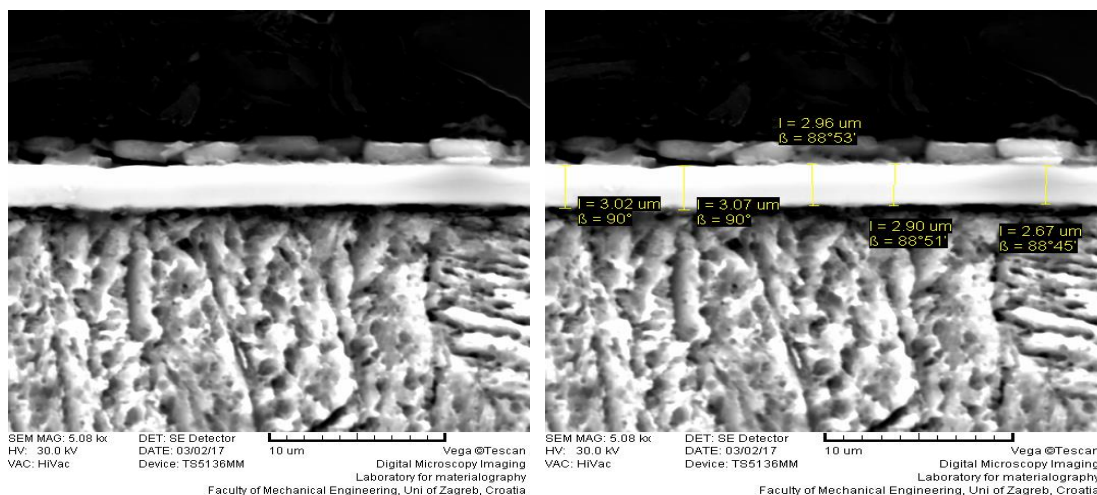
d_2 -unutarnji promjer otiska u vertikalnom smjeru, μm

d_3 -unutarnji promjer otiska dijagonalno(45), μm

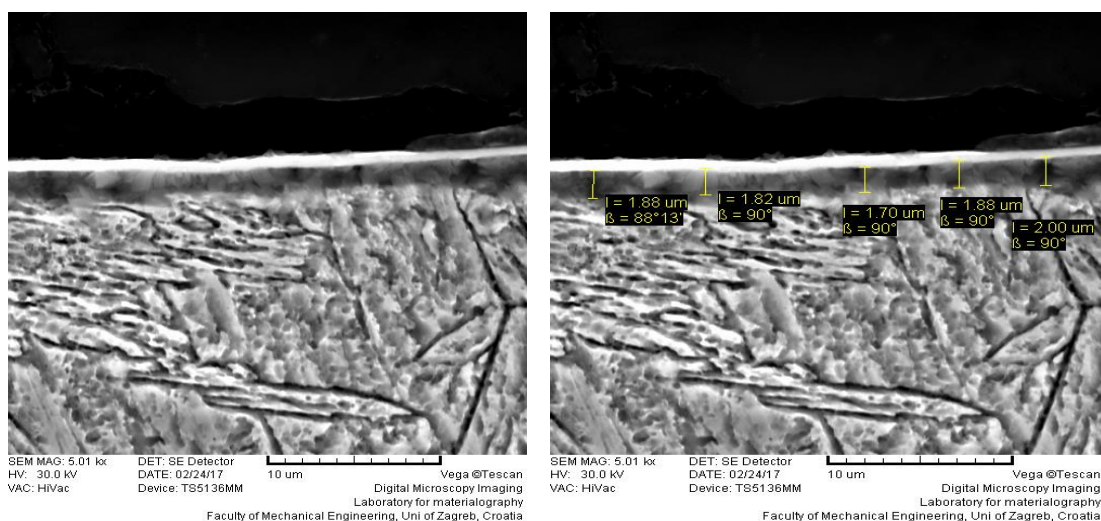
Debljina prevlake prevlaka određuje se računski prema prethodno navedenim jednačbama (1) ili (2).

5.3 Mjerna ispitivanja na skenirajućem elektronskom mikroskopu(SEM)

Rezultati ispitivanja debljine prevlake ispitani su na skenirajućim elektronskom mikroskopu (SEM-om). Rezultati ispitivanja su približno jednaki rezultatima dobivenim mjerenjem otisaka kalote primjenom svjetlosnog mikroskopa.



Slika 25. Prevlaka TiN/TiCN na uzorku „2“ snimljena na SEM -u



Slika 26. Prevlaka TiN/TiCN na uzorku „3“ snimljena na SEM -u

SEM analizom utvrđeno je da je debljina prevlake kod uzorka „3“ tanja nego kod uzorka „2“, što je i pokazano tablicama 5 i 6.

6. REZULTATI ISPITIVANJA I DISKUSIJA REZULTATA

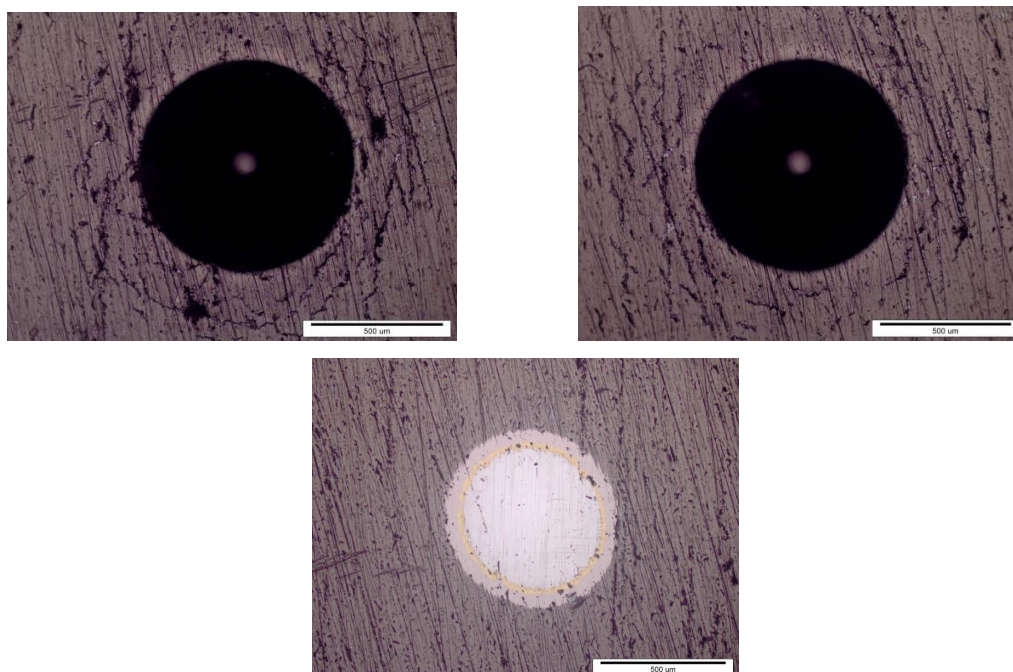
Cjelokupna provedba ispitivanja prema poglavljima 5.2 i 5.3 je u konačnici rezultirala informacijama o debljini i adhezivnosti PACVD prevlake za uzorak „2“ i uzorak „3“. Debljina prevlake (e) je određena prema jednadžbi (5):

$$e = \frac{D_{sr}^2 - d_{sr}^2}{2} \quad (5)$$

D_{sr} -srednja vrijednost vanjskog promjera otiska, μm

d_{sr} -srednja vrijednost vanjskog promjera otiska, μm

Rezultati ispitivanja adhezivnosti i debljine TiN/TiCN PACVD prevlake na uzorku „2“ (X22CrMoV12-1) navedeni su u tablici 3. Na slici 27 prikazana su mjerna mjesta za određivanje adhezivnosti debljine prevlake.



Slika 20. Izgled mjernog mjesta na ispitnom uzorku „2“

Tablica 3. Rezultati ispitivanja adhezivnosti i debljine TiN/TiCN prevlake na čeliku X22CrMoV12-1 za uzorak „2“

Oznaka mjernog mjesta	H mm	D ₁ μm	D ₂ μm	D ₃ μm	D _{sr} μm	d ₁ μm	d ₂ μm	d ₃ μm	d _{sr} μm	e μm	Stupanj adhezivnosti
2-1-1	43	685,3	727,4	668,7	695	590,7	580,7	568,6	580	2,93	2
2-1-2	43	675,2	683,2	705,3	687,9	567,7	572,9	574,3	571,6	2,92	2
2-1-3	43	678,2	676,5	692,1	682,27	588,3	587,1	572,7	582,7	2,52	2
2-2-1	38	705,3	723,6	715,8	714,9	593,2	598,6	582,3	591,37	3,22	3
2-2-2	38	756,2	758,3	748,9	754,47	523,6	528,1	518,2	523,3	2,67	3
2-2-3	38	736,2	742,4	743,9	740,83	562,9	555,1	549,3	555,77	2,34	3
2-3-1	33	798,2	805,3	802,1	801,87	546,8	523,5	561,8	544,03	3,47	3
2-3-2	33	802,3	815,6	825,1	814,33	523,9	515,8	512,6	517,43	3,95	3
2-3-3	33	792,9	791,6	785,3	789,5	552,1	557,9	538,9	549,53	3,21	3

Iz rezultata ispitivanja adhezivnosti i debljine čelika X22CrMoV12-1 prikazanih u tablici 3 i na slici 27 može se zaključiti sljedeće:

- srednja debljina TiN/TiCN prevlaka iznosi $3,22 \pm 0,499528$ μm (srednja vrijednost standardna devijacija),
- prema klasifikaciji VDI 3198 na slici 21 prevlaka pripada stupnjevima adhezivnosti 3 do 4.

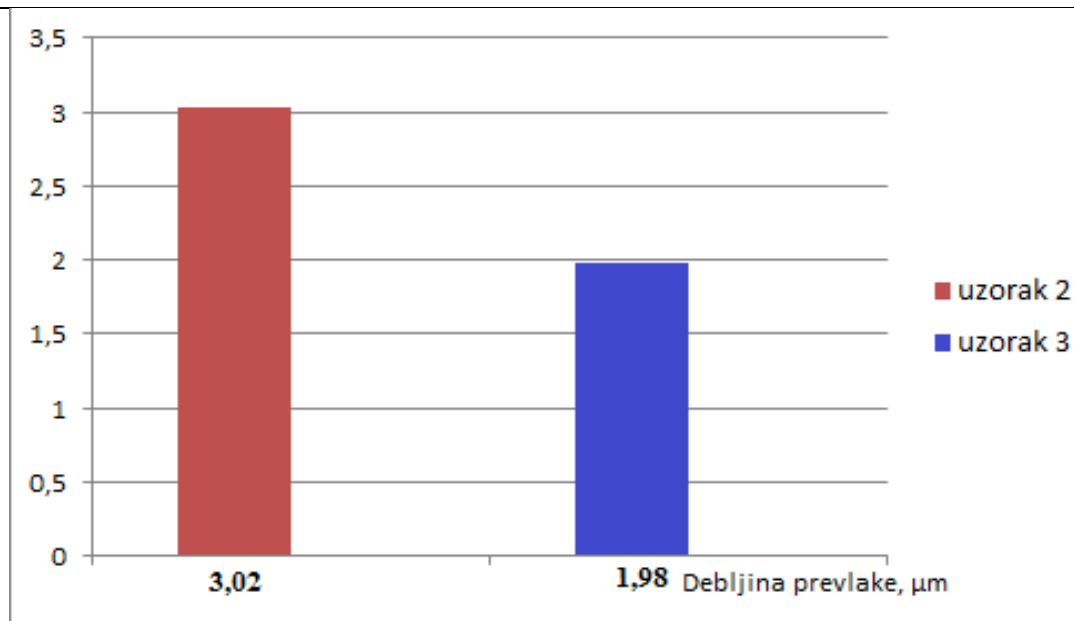
Tablica 4. Rezultati ispitivanja adhezivnosti i debljine TiN/TiCN prevlake na čeliku X22CrMoV12-1, uzorak „3“

Oznaka mjernog mjesta	H mm	D ₁ μm	D ₂ μm	D ₃ μm	D _{sr} μm	d ₁ μm	d ₂ μm	d ₃ μm	d _{sr} μm	e μm	Stupanj adhezivnosti
3-1-1	43	545,6	502,3	525,3	524,4	296,5	254,6	263,9	271,67	2,01	3
3-1-2	43	562,2	525,3	545,4	544,43	306,2	254,3	271,6	277,37	2,20	3
3-1-3	43	553,6	510,4	536,2	533,4	298,2	261,2	278,2	279,2	2,06	3
3-2-1	38	551,3	515,3	541,2	536,00	354,2	319,1	328,3	333,87	1,76	3
3-2-2	38	588,6	554,4	572,1	571,7	361,2	325,2	345,4	343,93	2,0	3
3-2-3	38	510,3	476,2	498,3	494,93	279,3	243,2	261,8	261,43	1,77	3
3-3-1	33	531,3	499,2	515,3	515,27	289,1	251,3	271,7	270,7	1,92	4
3-3-2	33	567,3	515,3	548,2	543,6	311,2	260,5	281,5	284,4	2,14	4
3-3-3	33	545,3	504,6	520,3	523,4	291,5	254,3	261,9	269,23	2,0	4

Iz rezultata ispitivanja adhezivnosti i debljine čelika X22CrMoV12-1 prikazanih u tablici 4 može se zaključiti sljedeće:

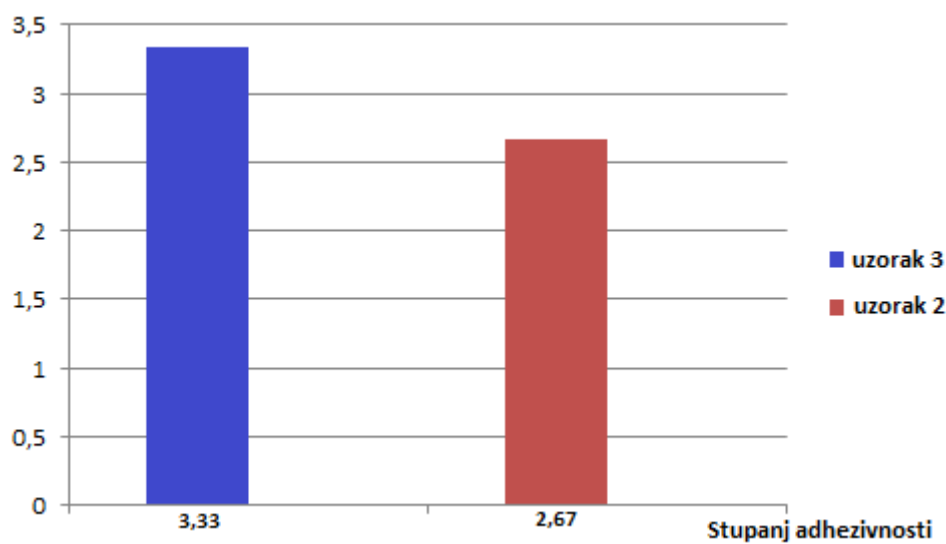
- srednja debljina TiN/TiCN prevlaka iznosi $2,02 \pm 0,1492 \mu\text{m}$ (srednja vrijednost standardna devijacija),
- prema klasifikaciji VDI 3198 na slici 21 prevlaka bi pripadala stupnjevima adhezivnosti 2 do 3.

Usporedbom debljina prevlake PACVD TiN/TiCN (slika 28) i stupnjeva adhezivnosti (slika 29) uzorka „2“ i „3“ zaključuje se da je uzorak „2“ s debljom prevlakom slabije adhezivnosti, premda su obje debljine prevlake prihvatljivog stupnja adhezivnosti.



Slika 21. Usporedba rezultata ispitivanja debljine TiN/TiCN prevlake za uzorke „2“ i „3“

Debljina prevlake kod uzorka 3 je skoro dvostruko manja u odnosu na uzorak 2.



Slika 22. Usporedba rezultata ispitivanja adhezivnosti TiN/TiCN prevlake za uzorke „2“ i „3“

7.ZAKLJUČAK

U radu su opisani utjecajni čimbenici na adhezivnost i svojstva PACVD prevlake TiN/TiCN na nehrđajućem martenzitnom čeliku X22CrMoV12-1 na dva uzorka. U eksperimentalnom dijelu rada provedeno je PACVD prevlačenje koje je rezultiralo različitim debljinama i adhezivnosti prevlaka. Iz rezultata ispitivanja adhezivnosti i debljine prevlake TiN/TiCN na navedenim čelicima proizlaze slijedeći zaključci:

- Oba čelika su uspješno prevučena sa prevlakom prihvatljive adhezivnosti (stupanj adhezivnosti prema normi VDI 3198 manji od 4).
- Kod čelika X22CrMoV12-1 na uzorku „3“ dobra adhezivnost (stupanj adhezivnosti 2) utvrđena je na tanjoj prevlaci srednje debljine 1,98μm, dok je slabija adhezivnost (stupanj adhezivnosti 3) utvrđena kod skoro dvostruko deblje prevlake srednje debljine 3,22μm.
- Iz rezultata ispitivanja se uočava značajna ovisnost stupnja adhezivnosti o debljini prevlake, pri čemu tanja prevlaka ima bolju adhezivnost

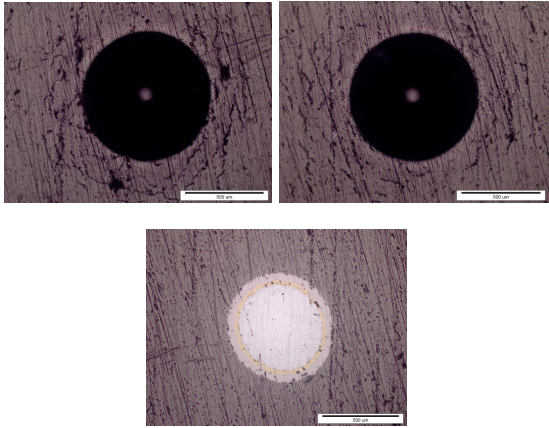
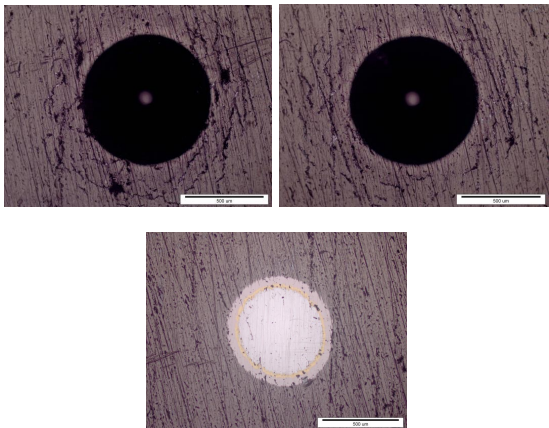
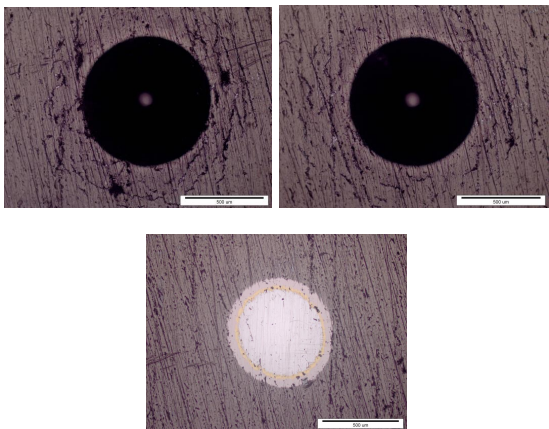
U daljnim istraživanjima trebalo bi provesti prevlačenje s različitim ciljanim debljinama prevlake na navedenom čeliku sa više uзорaka i pokušati utvrditi ovisnost utjecajnih faktora na adhezivnost prevlake.

LITERATURA

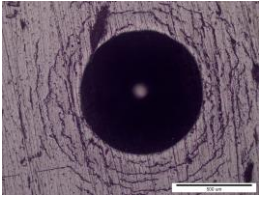
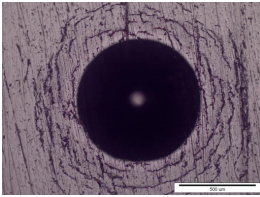
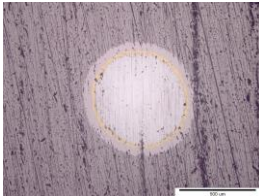
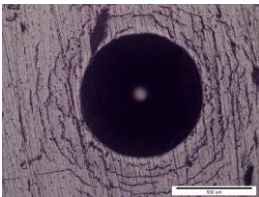
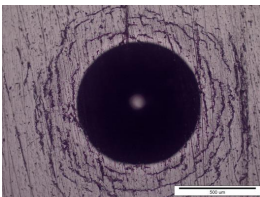
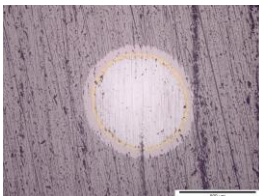
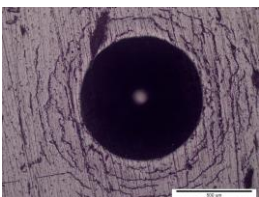
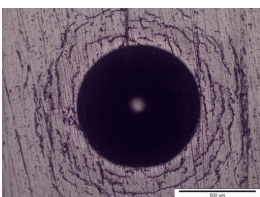
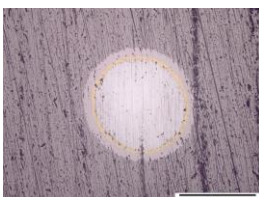
- [1] T. Filetin, F. Kovačiček, J. Indof, Svojstva i primjena materijala, Sveučilište u Zagrebu, Fakultet strojarstva i brodogradnje, Zagreb, 2011.
- [2] www.bohler-edelstahl.com/en/T559.php.
- [3] F. Cajner, B. I. Kumić, S. Kovačić, M. Cingesar, Publikacija ARISE projekta, FSB, Zagreb, 2014.
- [4] D. Heim, F. Holler, C. Mitterer : Hard coatings produced by PACVD applied to aluminium die casting, Institut für Metallkunde und Werkstoffprüfung , Montanuniversität, Leoben, Austria
- [5] T. Filetin, K. Grilec, Postupci modificiranja i prevlačenja površina, Hrvatsko društvo za materijale i tribologiju, Zagreb, 2004.
- [6] K. Grilec, V. Ivušić, predavanja iz kolegija „ Tribologija“, autorizirana predavanja, Sveučilište u Zagrebu, FSB, Zagreb, 2011.
- [7] M. Stoiber, E. Badisch, C. Lugmair, C. Mitterer : Low-friction TiN coatings deposited by PACVD, Austria, 2002.
- [8] M. Stoiber, J. Wagner, C. Mitterer, K. Gammer, H. Hutter, C. Lugmair, R. Kullmer : Plasma-assisted pre-treatment for PACVD TiN coatings on tool steel, Austria, 2003.
- [9] Shengli Ma, Yanhuai Li, Kewei Xu : Investigation on processing of industrial set-up plasma enhanced chemical vapor deposition with pulsed d.c.power, China, 2000.
- [10] D. Landek, vježbe iz kolegija „ Tribologija i inženjerstvo površina“, Sveučilište u Zagrebu , FSB, Zagreb, 2015.
- [11] N. Vidakis, A. Antoniadis, N. Bilalis : The VDI 3198 indentation test evaluation of a reliable qualitative control for layered compounds, Greece, 2003.
- [12] F. Cajner, D. Landek, H. Rafael, J. Jačan, D. Bogdanić: Wear resistance of TiN/TiCN and TiN/Ti-B-N multilayer coatings fabricated by the pulsed DC PACVD process on K390MC cold work tool steel, Proceeding of the EU Conference on Heat Treatment and 22nd IFHTSE Congress, 20-22.05.2015., Venice, Italy
- [13]https://www.researchgate.net/profile/Johan_Pilhagen/publication/237660542/figure/fig3/AS:298763013902338@1448242061226/Figure-323-Schaeffler-constitution-diagram-for-stainless-steel-weld-metal-modified-for.png
- [14] <https://www.google.com/patents/US7758925>

PRILOZI

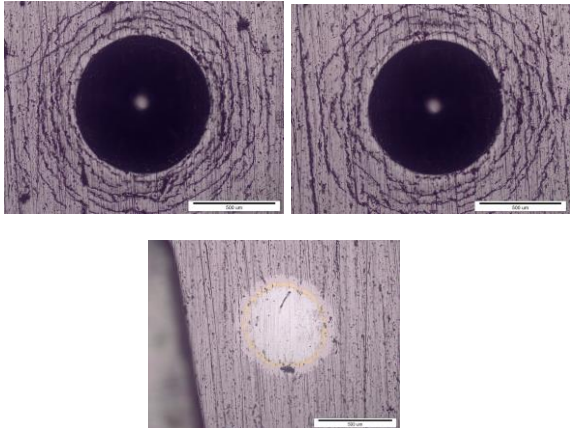
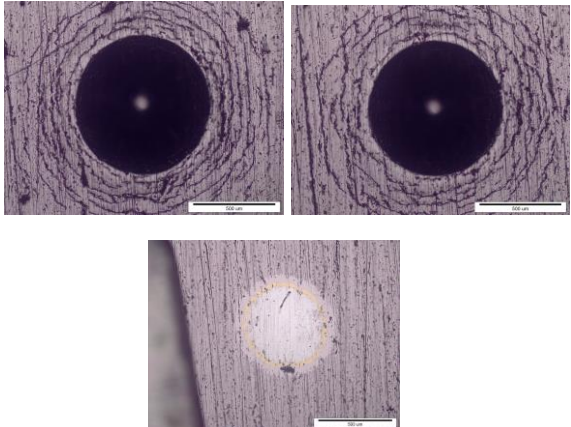
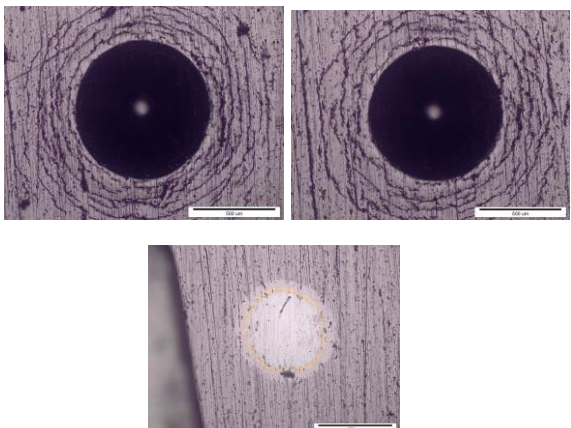
Prilog 1. Rezultati ispitivanja stupnja adhezivnosti i debljine TiN/TiCN PACVD
prevlaka na ispitnom uzorku „2“ izrađenom od čelika X22CrMoV12-1.

H,mm	Oznaka mjernog mjesta	Debljina prevlake TiN/TiCN, μm	Stupanj adhezivnosti	Izgled mjernog mjesta
43	2-1-1	2,93	4	
43	2-1-2	2,92	4	
43	2-1-3	2,52	4	

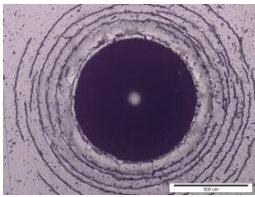
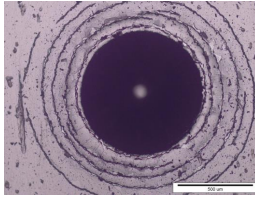
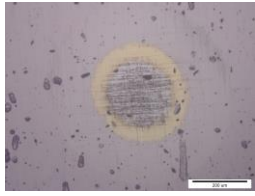
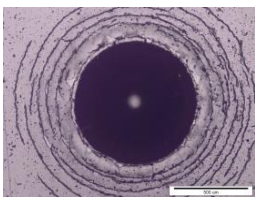
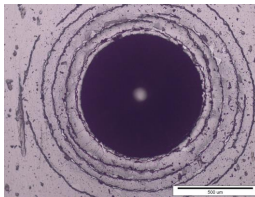
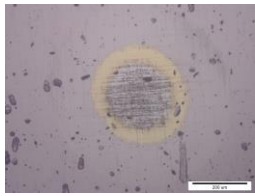
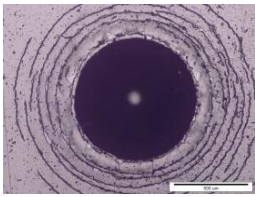
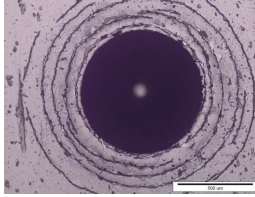
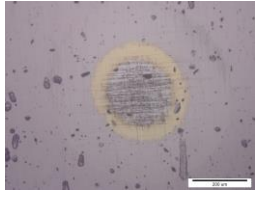
Prilog 1. Rezultati ispitivanja stupnja adhezivnosti i debljine TiN/TiCN PACVD prevlaka na ispitnom uzorku „2“ izrađenom od čelika X22CrMoV12-1.

H,mm	Oznaka mjernog mjesta	Debljina prevlake TiN/TiCN, μm	Stupanj adhezivnosti	Izgled mjernog mjesta
38	2-2-1	3,22	3	  
38	2-2-2	2,67	3	  
38	2-2-3	2,34	3	  

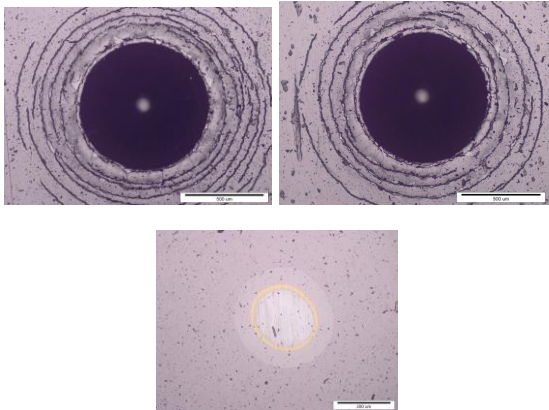
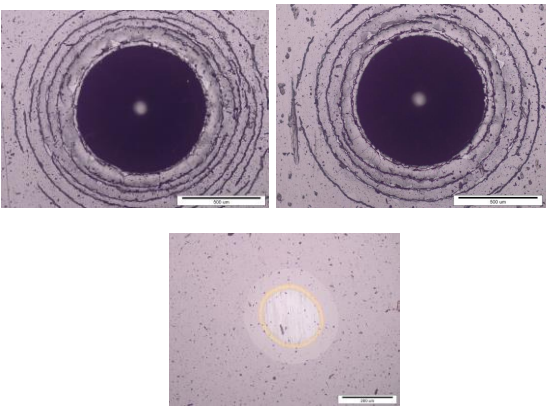
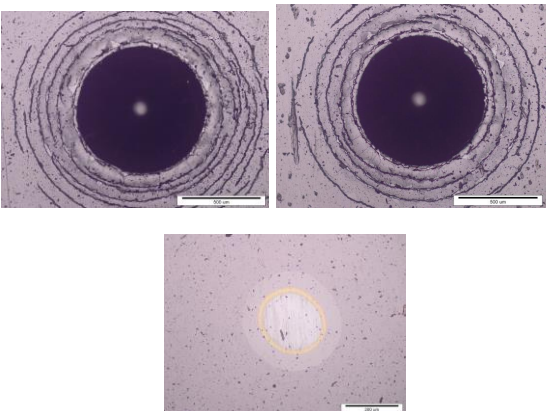
Prilog 1. Rezultati ispitivanja stupnja adhezivnosti i debljine TiN/TiCN PACVD prevlaka na ispitnom uzorku „2“ izrađenom od čelika X22CrMoV12-1.

H,mm	Oznaka mjernog mjesta	Debljina prevlake TiN/TiCN, μm	Stupanj adhezivnosti	Izgled mjernog mjesta
33	2-3-1	3,47	3	
33	2-3-2	3,95	3	
33	2-3-3	3,21	3	

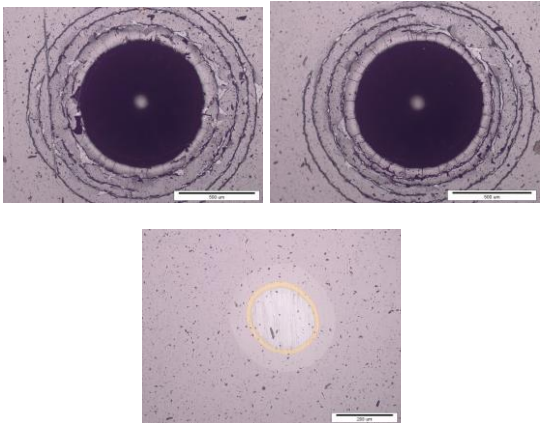
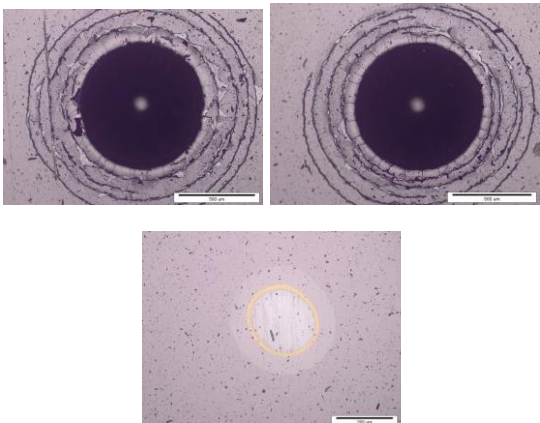
Prilog 2. Rezultati ispitivanja stupnja adhezivnosti i debljine TiN/TiCN PACVD prevlaka na ispitnom uzorku „3“ izrađenom od čelika X22CrMoV12-1.

H,mm	Oznaka mjernog mjesta	Debljina prevlake TiN/TiCN, μm	Stupanj adhezivnosti	Izgled mjernog mjesta
33	3-1-1	2,01	3	  
33	3-1-2	2,20	3	  
33	3-1-3	2,06	3	  

Prilog 2. Rezultati ispitivanja stupnja adhezivnosti i debljine TiN/TiCN PACVD prevlaka na ispitnom uzorku „3“ izrađenom od čelika X22CrMoV12-1.

H,mm	Oznaka mjernog mjesta	Debljina prevlake TiN/TiCN, μm	Stupanj adhezivnosti	Izgled mjernog mjesta
38	3-2-1	1,76	3	
38	3-2-2	2,0	3	
38	3-2-3	1,77	3	

Prilog 2. Rezultati ispitivanja stupnja adhezivnosti i debljine TiN/TiCN PACVD prevlaka na ispitnom uzorku „3“ izrađenom od čelika X22CrMoV12-1.

H,mm	Oznaka mjernog mjesta	Debljina prevlake TiN/TiCN, μm	Stupanj adhezivnosti	Izgled mjernog mjesta
43	3-3-1	1,92	4	
43	3-3-2	2,14	4	
43	3-3-3	2,0	4	